

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 519.3—2009
代替 YS/T 519.3—2006

砷化学分析方法 第 3 部分：硫量的测定 硫酸钡重量法

Methods for chemical analysis of arsenic—
Part 3: Determination of sulfur content—
Barium sulphate gravimetric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 519—2009《砷化学分析方法》共分 4 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铈量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 3 部分：硫量的测定 硫酸钡重量法；
- 第 4 部分：铋、铈、硫量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 519 的第 3 部分。

本部分代替 YS/T 519.3—2006(原 GB/T 4373.3—1984)《砷化学分析方法 硫酸钡重量法测定硫量》。与 YS/T 519.3—2006 相比,本部分主要有如下变动：

- 对试样粒度提出了新的要求,由试样须经 80 目筛筛分,直径不大于 2 mm,改为试样全部通过 0.84 mm 筛,再用 0.42 mm 筛筛分；
- 对称样比例进行了修改,由按筛上与筛下比为 3 : 1 称取,修改为按筛上筛下实际比例称取；
- 空白试验称取与试料相同量的砷基体进行；
- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度、质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：湖南水口山有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、湖南有色金属研究院。

本部分主要起草人：谭平生、曾光明、鲍炳辉、孙孝惠、刘彬彬、蔡军、刘嫣、庞文林、李四红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4373.3—1984；
- YS/T 519.3—2006。

砷化学分析方法

第3部分:硫量的测定

硫酸钡重量法

警告:砷及其化合物为有毒物质,接触和处置时需要特别小心。

1 范围

YS/T 519 的本部分规定了砷中硫量的测定方法。

本部分适用于砷中硫量的测定。测定范围:0.10%~0.50%。

2 方法提要

试料用硝酸-氯酸钾饱和溶液溶解,加盐酸蒸干,在约 0.2 mol/L 盐酸酸度下加入氯化钡溶液使其生成硫酸钡沉淀,过滤、灼烧、称量硫酸钡质量求得硫量。

3 试剂

分析过程中除非有特殊说明,否则均使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 高纯砷($w_{As} \geq 99.999\%$)。

3.2 氯酸钾。

3.3 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)。

3.4 硝酸-氯酸钾饱和溶液:将氯酸钾加入硝酸($\rho 1.42$ g/mL)中,搅拌使之溶解,直至有过量的固体氯酸钾不溶为止(二周内可用)。

3.5 氯化钡溶液(100 g/L):过滤后使用。

3.6 硝酸银溶液(10 g/L)。

4 仪器

4.1 分析天平(感量 0.1 mg)。

4.2 马弗炉(温度可控制在 800 °C~850 °C 范围内)。

5 试样

将试样加工成全部过 0.84 mm 筛的样屑,再用 0.42 mm 筛筛分,样品分筛上、筛下分别装入磨口瓶中,用石蜡密封。加工时应防止过热氧化。

6 分析步骤

6.1 试料

按筛上筛下实际比例称取 1.600 g 试样(精确至 0.000 1 g),质量为 m_0 。

6.2 空白试验

称取 1.600 g 高纯砷(m_0)(3.1)随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 400 mL 烧杯中,以少量水润湿,在不断摇动下缓慢加入 25 mL 硝酸-氯酸钾